

控

特 11-274

整理番号=P110914W01

提出日 平成11年 9月14日  
特願平11-259914 頁: 1/1

【書類名】 特許願

【整理番号】 P110914W01

【提出日】 平成11年 9月14日



【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 D02G 3/02



D02G 1/02

【発明者】

【住所又は居所】 大阪市北区梅田一丁目2番2号 カネボウ合纖株式会社  
内

【氏名】 小椋 東一

【発明者】

【住所又は居所】 防府市鐘紡町4番1号 カネボウ合纖株式会社内

【氏名】 梶山 宏史

【特許出願人】

【識別番号】 000000952

【氏名又は名称】 鐘紡株式会社

【代表者】 帆足 隆

【電話番号】 03-5446-3575

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 010205

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【ブルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 ポリ乳酸からなる仮撚糸およびその製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項1】 主としてポリ乳酸からなる仮撚糸であって、ポリ乳酸がモノマー量0.5重量%以下であることを特徴とする仮撚糸。

【請求項2】 ポリ乳酸が、L体が95%以上のものであることを特徴とする請求項1記載の仮撚糸。

【請求項3】 ポリ乳酸が、直鎖状のものであることを特徴とする請求項1～2の何れかに記載の仮撚糸。

【請求項4】 ポリ乳酸が、相対粘度が2.7～3.9のものであることを特徴とする請求項1～3の何れかに記載の仮撚糸。

【請求項5】 ポリ乳酸が、Sn(錫)の含有量が30ppm以下のものであることを特徴とする請求項1～4の何れかに記載の仮撚糸。

【請求項6】 仮撚糸の引張強度が、2.8g/d以上であることを特徴とする請求項1～5の何れかに記載の仮撚糸。

【請求項7】 仮撚糸の伸縮復元率が、10%以上であることを特徴とする請求項1～6の何れかに記載の仮撚糸。

【請求項8】 施撚体がクロスベルト又はピンである仮撚機を用いて、主としてポリ乳酸からなる纖維から仮撚糸を製造する方法であって、ポリ乳酸が特許請求の項1～5の何れかに記載のポリ乳酸であることを特徴とする仮撚糸の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、主としてポリ乳酸からなる仮撚糸および当該仮撚糸の製造方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】

現在最も広く利用されている纖維素材は、ポリエチレンテレフタートに代表

されるポリエステルや、6ナイロン、66ナイロンに代表されるポリアミドなどの合成樹脂である。

合成樹脂は、大量かつ安価に製造できるというメリットがある反面、廃棄方法をめぐる問題がある。すなわち、上述の合成樹脂からなる纖維は自然環境下では殆ど分解せず、焼却すると高い燃焼熱が発生する恐れがある。

このような背景の下、生分解性を有する合成樹脂であるポリカプロラクトンやポリ乳酸等を纖維用途に利用する提案がなされている。確かにこれらの合成樹脂には優れた生分解性があるが、ポリエチレンテレフタート、ナイロンなどの従来から広く用いられている非分解性の合成樹脂に比べて実用性が低く問題が多い。

#### 【0003】

例えば、上述の合成樹脂からなる仮撚糸は、加工中に糸切れが多発するため、長期の操業が困難であり、引張強度、伸縮復元率が低く、仮撚加工糸としての捲縮特性が極めて乏しい。又、織り編み加工等の後加工において糸切れや毛羽が多発するため、好品位の生地が安定的に提供できないという問題がある。

#### 【0004】

##### 【発明が解決しようとする課題】

本発明者らは、仮撚糸の原料となるポリ乳酸の物性を著しく吟味し、特定の物性のポリ乳酸を用いることにより、操業性と物性に優れる仮撚糸を発明したものであって、その目的とするところは、操業性に優れること、すなわち、仮撚加工が可能であって、糸切れ、単糸切れがなく、さらに纖維物性に優れること、引張強度、伸縮復元率等の物性値がポリエステルの仮撚糸に匹敵し、実用上問題のないポリ乳酸からなる仮撚糸とその製造方法を提供することにある。

#### 【0005】

##### 【課題を解決するための手段】

上述の目的は、主としてポリ乳酸からなる仮撚糸であって、モノマー量が0.5重量%以下のポリ乳酸からなる仮撚糸、又はL体が95%以上のポリ乳酸からなる仮撚糸、又は直鎖状のポリ乳酸からなる仮撚糸、又は相対粘度が2.7~3.9のポリ乳酸からなる仮撚糸、又はSn(錫)の含有量が30ppm以下のポ

リ乳酸からなる仮撚糸によって達成される。

#### 【0006】

さらに、上述のポリ乳酸からなり、かつ引張強度が2.8 g/d以上又は伸縮復元率が10%以上の仮撚糸によって達成される。

#### 【0007】

さらに、施撚体がクロスベルト又はピンである仮撚機を用いて、上述のポリ乳酸からなる繊維から仮撚糸を製造する方法によって達成される。

#### 【0008】

以下本発明について詳細に説明する。

本発明におけるポリ乳酸は、モノマーの含有量が0.5重量%以下であることが必要である。本発明でいうモノマーとは、後述するG P C分析法によって算出される分子量1000以下の成分のことである。モノマー量が0.5重量%を超えると、糸条が脆化し易くなり、かつ施撚体において極度のストレスがかかるため、引張強度が著しく低下するからである。又、同理由によって加工中に糸切れが多発して、仮撚の操業性が不安定となるからである。

#### 【0009】

ポリ乳酸中の未反応のモノマーを取り除く方法としては、重合反応完了間際に反応槽を真空吸引するのが一般的である。重合チップを適当な液体で洗浄したり、固相重合するなどの方法もある。

#### 【0010】

さらに本発明におけるポリ乳酸としては、天然に存在するL-乳酸とその光学異性体であるD-乳酸、およびこれらの2量体であるLL-ラクチド、DD-ラクチド、LD-メソラクチド等が挙げられ、L体の比率は95%以上あることが好ましく、さらに好ましくは98%以上である。

#### 【0011】

L体の比率が95%以上であれば、耐熱性が高いため、比較的高温で熱セットしても、引張強度が殆ど低下しないからである。又、十分に熱セットできるため、伸縮復元性が高くなり、優れた捲縮特性の仮撚糸を得ることができるからである。

## 【0012】

さらに、本発明におけるポリ乳酸は直鎖状であることが好ましい。すなわち、分岐構造のないことが好ましい。これまでに溶融粘度や重合度を改良する目的でポリ乳酸の重合工程で分岐剤を添加する方法が提案されている。しかしながら、通常のポリエステルに比べて、ポリ乳酸の場合は、分岐構造が仮撚糸の物性、操業性にはるかにマイナスに作用することが本発明者らによって明らかにされた。すなわち、分岐構造が存在しないポリ乳酸からなるマルチフィラメントは仮撚時に糸切れが少なく、これによって得られる仮撚糸は、分岐構造があるものに比べると引張強度が高いという利点がある。

## 【0013】

分岐構造のない直鎖構造のポリ乳酸を得るためにには、ポリマーの原料として分岐構造を生成させるもの、例えば3価、4価のアルコールやカルボン酸等を使用しないことが必要であり、何らかの理由でこれらを使用するがあつても、仮撚操業性に影響を及ぼさない必要最小限度の量に留めておくことが肝要である。

## 【0014】

さらに、本発明におけるポリ乳酸は、相対粘度( $\eta_{re1}$ )が2.7~3.9であることが好ましい。相対粘度が、2.7~3.9であれば、より優れた仮撚糸を得ることができるからである。すなわち、引張強度の低下が最小限に抑えられ、仮撚工程において糸切れが減少するからである。

## 【0015】

さらに、本発明におけるポリ乳酸は、ポリマー中のSn(錫)の含有量が30ppm以下であることが好ましい。Sn系の触媒は、ポリ乳酸の重合触媒として使用されるが、Snの含有量が30ppm以下であれば、引張強度の低下が最小限に抑えられ、仮撚工程において糸切れが減少するからである。

## 【0016】

本発明に用いる仮撚原糸には、上述の物性を有しない他のポリ乳酸やポリ乳酸以外の他の一般的な樹脂成分も併用の原料として用いることができるが、生分解性を有する仮撚糸の場合、脂肪族ポリエステル等の生分解性を有する樹脂原料であることが好ましい。

## 【0017】

本発明における仮撚糸は、引張強度が $2.8 \text{ g/d}$ 以上であることが好ましい。引張強度が $2.8 \text{ g/d}$ 以上であれば、織り編み加工等の後工程において、糸切れや毛羽が減少するからである。

## 【0018】

さらに、本発明における仮撚糸は、皺防止の観点からは、沸水収縮率が5%以上であることが好ましい。沸水収縮率が5%以上であれば、生地に染色加工を施しても、皺ができないからである。

## 【0019】

また、強度を重視する場合には、沸水収縮率が15%以下であることが好ましい。15%以下であれば、寸法や目付が大幅に狂うことがなく、生地の引張強度、引裂強度が保たれるからである。

## 【0020】

従って、皺防止と強度の両方を満足させたい場合には、沸水収縮率が5~15%であることが好ましい。

## 【0021】

さらに、本発明における仮撚糸は、伸縮復元率が10%以上であることが好ましい。伸縮復元率が10%以上であれば、生地に伸縮性が付与されて、ストレッチ性が要求される用途への展開が可能になるからである。又、仮撚糸の捲縮特性によって、膨らみ感のある生地を供給することができるからである。

## 【0022】

さらに、仮撚糸の原糸が上述のポリ乳酸からなる纖維であれば、既存の仮撚機を用いて仮撚することができるが、施撚体がゴム系の素材からなるクロスベルトタイプ、施撚体が金属からなるピンタイプが好ましく、中でもクロスベルトタイプが特に好ましい。

## 【0023】

というのも、ポリ乳酸からなる纖維は他の合成纖維に比べて本質的にやや脆いという欠点があるからである。そして、引っ張りなどの糸条の長手方向にかかる力に対しては強いが、曲げや折りなどの糸条の垂直方向にかかる力に対しては脆

く弱い。

#### 【0024】

従って、ディスクタイプの仮撚機でも、本発明の仮撚糸は得られるが、施撚体における糸道が屈曲しており、かつこの状態で激しく扱かれるため、引張り強度が著しく低下する。これに対して、ピンタイプの仮撚機が好ましいのは、施撚体における糸道が複雑に屈曲しているが、ピンの摩擦抵抗が小さいため、引張強度の低下が最小限に抑えられるからである。また、クロスベルトタイプの仮撚機が好ましいのは、施撚体での糸道が直線的であり、しかも施撚体がゴム系の素材からできているため摩擦抵抗が小さく、糸条にストレスが殆どかかるないので、引張り強度が殆ど低下しないからである。

#### 【0025】

熱セットするためのプレートヒーターの温度は、110～150℃が好ましく、さらに好ましくは120℃～140℃である。150℃以下では、ポリ乳酸の融点が170℃であるため、分子の配向が乱されることはなく、引っ張り強度が著しく低下することがない。110℃以上では、十分に熱セットできるため、伸縮復元率が高くなり、捲縮特性に優れた仮撚糸を得ることができる。

#### 【0026】

##### 【発明の効果】

モノマー量が0.5重量%以下のポリ乳酸を用いれば、ポリ乳酸繊維の仮撚加工が可能となり、操業性が安定する。又、織り編み加工等の後工程で糸切れの少ない実用性のあるポリ乳酸からなる仮撚糸を安定的に供給することができる。

#### 【0027】

##### 【実施例】

以下、実施例により、具体的に本発明を説明する。最初に、ポリマー物性の分析方法を紹介する。

#### 【0028】

##### 〈モノマー量〉

試料を10mg/mLの濃度となるようにクロロホルムに溶解し、標準物質としてポリスチレンを用いて、GPC法によって分子量を測定し、分子量1000

以下の成分の割合からポリマー中のモノマー量を算出した。

【0029】

<相対粘度  $\eta_{rel}$ >

フェノール／テトラクロロエタン=60/40の混合溶媒に試料を1g/dlの濃度になるように溶解し、ウベローデ粘度管を用いて20°Cで相対粘度を測定した。

【0030】

<Sn(錫)含有量>

試料0.5gを硫酸／硝酸により湿式灰化し、これを水で希釈して50mL溶液とし、IPC発光分析法によってポリマー中のSn(錫)含有量を測定した。

【0031】

(引張強度)

試料に表示纖度の1/10gの初期荷重を与え、インストロン型の引張試験機を用いて、長さ50cmの試料を速度50cm/分で引っ張り、切断時の強力から、次式により算出した。引張強度(g/d)=強力/実纖度

【0032】

(破断伸度)

試料に表示纖度の1/10gの初期荷重を与え、インストロン型の引張試験機を用いて、つかみ間隔50cmの試料を速度50cm/分で引っ張り、切断時のつかみ間隔(L)を測定し、次式により算出した。伸度(%)=(L-50)/  
 $50 \times 100$

【0033】

(沸水収縮率)

枠周100cmの検尺機を用いて、表示纖度の1/10gの初期荷重を与え、捲き数10回の小かせを作製し、これに表示纖度の1/10×20gの重荷重をかけて、常温の水中に浸漬し、8分後の長さを測定した。次いで水中より取り出し、8の字状にして2つに折り重ね、さらに8の字状にして沸騰水中で80分間浸漬し、その後再び水中にて表示纖度の1/10×20gの重荷重をかけて、8分後の長さを測定し、次式により算出した。

沸水収縮率(%) = (初期試料長 - 収縮後の試料長) / 初期試料長 × 100

#### 【0034】

(伸縮復元率)

試料に表示纖度の1/10gの初期荷重を与え、かせ長40cm巻き数10回の小かせを作製し、これに表示纖度の1/10×20gの重荷重をかけて、温度20±2℃の水中に3分間浸漬し、かせ長(a)を測定し、次いで重荷重を取り除いて2分間放置した後再びかせ長(b)を測定し、次式により算出した。伸縮復元率(%) = (a - b) / a × 100

#### 【0035】

(仮撚の操業性)

仮撚の操業性を下記の基準によって総合的に評価した。

- ◎; 糸切れの頻度が、48錘中、1回以下/1日
- ; 糸切れの頻度が、48錘中、2~5回/1日
- △; 糸切れの頻度が、48錘中、6~15回/1日
- ×; 糸切れの頻度が、48錘中、16回以上/1日

#### 【0036】

(製織の操業性)

WJLを用いて製織した場合の操業性を下記の基準によって総合的に評価した。

- ◎; 糸切れの頻度が、1日で0回
- ; 糸切れの頻度が、1日で1~2回
- △; 糸切れの頻度が、1日で3~9回
- ×; 糸切れの頻度が、1日で10回以上

#### 【0037】

(織物の風合)

生地の風合を下記の基準によって総合的に評価した。

- ◎; レギュラーポリエステル糸使用時とほぼ同等の膨らみ感がある。
- ; レギュラーポリエステル糸使用時に比べてやや膨らみ感に欠ける。
- △; 原糸使用時に比べてやや膨らみ感がある。

× ; 膨らみ感が殆どない。

### 【0038】

#### (実施例1)

施撚体がクロスベルトである仮撚機33H-マッハクリンパー(村田機械社製)を用いて、表1に示す組成のポリ乳酸からなる纖維から、130℃で熱セットして、引張強度3.6g/d、伸縮復元率16.4%の仮撚糸が得られた。操業性は良好で、1トン以上加工したが糸切れは殆どなかった。この仮撚糸を緯糸にして、ウォータージェット機を用いて製織したところ、糸切れは殆どなく、十分な膨らみ感のある生地が製造できた。

### 【0039】

#### (実施例2)

施撚体がピンである仮撚機ST-5(三菱重工社製)を用いて、表1に示す組成のポリ乳酸からなる纖維から、130℃で熱セットして、引張強度3.3g/d、伸縮復元率14.8%の仮撚糸が得られた。操業性は比較的良好で、1トン以上加工したが糸切れはあまりなかった。この仮撚糸を緯糸にして、ウォータージェット機を用いて製織したところ、糸切れが殆どなく、十分な膨らみ感のある生地が製造できた。

### 【0040】

#### (比較例1)

施撚体がクロスベルトである村田機械製の仮撚機33H-マッハクリンパーを用いて、モノマー量の多いポリ乳酸からなる纖維から、引張強度2.1g/d、伸縮復元率13.3%の仮撚糸が得られた。モノマー量が多いため、引張り強度が低くなり、糸切れが多く発生するなど操業性がかなり悪かった。この仮撚糸を緯糸にして、ウォータージェット機を用いて製織したが、糸切れが多かった。

### 【0041】

#### (実施例3)

比較例1で用いた仮撚機を用いて、表1に示すL体の割合が少ないポリ乳酸からなる纖維から、引張強度1.4g/d、伸縮復元率6.7%の仮撚糸が得られた。沸水収縮率はやや高く操業性にやや劣るものの、この仮撚糸を緯糸にして、

ウォータージェット機を用いて製織したところ、糸切れはあまりなかった。

#### 【0042】

(実施例4)

比較例1で用いた仮撚機を用いて、表1に示す分岐のあるポリ乳酸からなる繊維から、引張強度2.5 g/d、伸縮復元率13.1%の仮撚糸が得られた。分岐のない実施例1に比べて引張強度が劣るため多少糸切れするなど操業性はやや不良であったが、伸縮復元率は10%以上と高かった。この仮撚糸を緯糸にして、ウォータージェット機を用いて製織したところ、糸切れもあまりなく、膨らみ感のある生地が製造できた。

#### 【0043】

(実施例5)

比較例1で用いた仮撚機を用いて、表1に示す相対粘度の低いポリ乳酸からなる繊維から、引張強度1.8 g/d、伸縮復元率14.5%の仮撚糸が得られた。相対粘度が好適な値の実施例1に比べて引張強度が劣るため、多少糸切れするなど操業性はやや不良であったが、沸水収縮率が低く伸縮復元率が高かった。この仮撚糸を緯糸にして、ウォータージェット機を用いて製織したところ、糸切れもあまりなく、膨らみ感のある生地が製造できた。

#### 【0044】

(実施例6)

比較例1で用いた仮撚機を用いて、表1に示す相対粘度の高いポリ乳酸からなる繊維から、引張強度2.6 g/d、伸縮復元率13.3%の仮撚糸が得られた。相対粘度が好適な値の実施例1に比べて引張強度が劣るため、多少糸切れするなど操業性はやや不良であったが、沸水収縮率が低く伸縮復元率が高かった。この仮撚糸を緯糸にして、ウォータージェット機を用いて製織したところ、糸切れもあまりなく、膨らみ感のある生地が製造できた。

#### 【0045】

(実施例7) )

比較例1で用いた仮撚機を用いて、表1に示すSn(錫)の含有量の多いポリ乳酸からなる繊維から、引張強度1.5 g/d、伸縮復元率12.8%の仮撚糸

が得られた。Sn量の少ない実施例1に比べて引張強度が低く、多少糸切れするなど操業性はやや不良であったが、沸水収縮率が低く伸縮復元率が高かった。この仮燃糸を緯糸にして、ウォータージェット機を用いて製織したところ、糸切れもあまりなく、膨らみ感のある生地が製造できた。

## 【0046】

【表1】

	実施例1	実施例2	比較例1	実施例3	実施例4	実施例5	実施例6	実施例7
Sn含有量 ppm	16	16	18	21	19	16	15	62
ポリマー相対粘度 $\eta_{rel}$	3.05	3.05	2.92	3.05	3.04	2.05	4.02	2.94
モノマー量重量%	0.24	0.24	1.02	0.27	0.26	0.25	0.24	0.24
分歧構造	無し	無し	無し	無し	有り	無し	無し	無し
L体%	98.6	98.6	98.2	92.6	99.0	97.6	97.0	95.5
施燃体	クロスベルト	ピン	クロスベルト	クロスベルト	クロスベルト	クロスベルト	クロスベルト	クロスベルト
プレートヒータ-温度°C	130	130	130	130	130	130	130	130
引張強度 g/d	3.6	3.3	2.1	1.4	2.5	1.8	2.6	1.5
破断伸度%	26.7	27.2	26.4	22.2	28.7	24.2	27.4	25.0
伸縮復元率%	16.4	14.8	13.3	6.7	13.1	14.5	13.3	12.8
沸水収縮率%	10.8	9.8	10.3	25.1	10.4	10.1	12.3	11.6
仮燃の操業性	◎	○	×	△	△	△	△	△
製織の操業性	◎	◎	×	○	○	○	○	○
織物の風合	◎	◎	○	△	○	○	○	○

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 引張強度、伸縮復元率等の物性値がポリエステルの仮撚糸に匹敵し、実用上問題のないポリ乳酸からなる仮撚糸と、その製造方法を提供すること。

【解決手段】 主としてポリ乳酸からなる仮撚糸であって、ポリ乳酸がモノマー量0.5重量%以下であることを特徴とする仮撚糸、及び当該ポリ乳酸からなる繊維を用いて、施撚体がクロスベルト又はピンである仮撚機を用いて、仮撚糸を製造する方法。

【選択図】 なし

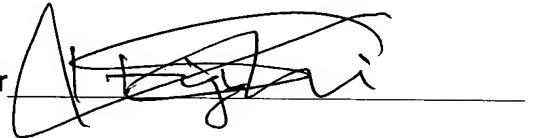


## **VERIFICATION OF TRANSLATION**

I, Ikuo HIGASHI, of 8-10, Toranomon 2-chome, Minato-ku, Tokyo, Japan, am the translator of the documents attached and I state that the following is a true translation to the best of my knowledge and belief of Japanese Patent Application No. 11-259914.

Dated this on April 30, 2002

Signature of translator

A handwritten signature in black ink, appearing to read "Ikuo Higashi", is written over a horizontal line. To the left of the signature, the text "Signature of translator" is printed in a small, sans-serif font.



[Application Number] JPh11-259914

[Title of Document] Request for Patent

[Reference Number] P110914W01

[Date of Filing] September 14, 1999

[Address] Commissioner

[International Patent Classification] D02G 3/02

D02G 1/02

[Inventor]

[Address] c/o Kanebo Gohsen, Limited, 1-2-2 Umeda,  
Kita-ku, Osaka-shi

[Name] OGURA Toichi

[Inventor]

[Address] c/o Kanebo Gohsen, Limited, 4-1 Kanebo-cho,  
Hofu-shi, Yamaguchi-ken

[Name] KAJIYAMA Hiroshi

[Applicant]

[Indication Number] 000000952

[Name] Kanebo Limited

[Representative] HOASHI Takashi

[Telephone No.] 03-5446-3575

[Indication Fee]

[Prepayment Register Number] 010205

[Amount of Payment] ¥21,000

[List of Articles Filed]

[Title of Article] Specification 1

[Title of Article] Abstract 1

[Proof Requirement] Necessary

[Title of Document] SPECIFICATION

[Title of the Invention] FALSE-TWIST YARN COMPRISING  
POLYLACTIC ACID AND PROCESS FOR PRODUCING THEREOF

[Claims]

[Claim 1] A false-twist yarn mainly comprising polylactic acid having a monomer content of 0.5% by weight or less.

[Claim 2] A false-twist yarn according to claim 1 comprising polylactic acid containing 95% or more of L-isomer.

[Claim 3] A false-twist yarn according to any one of claims 1 and 2 comprising linear polylactic acid.

[Claim 4] A false-twist yarn according to any one of claim 1 to 3 comprising polylactic acid having a relative viscosity of 2.7 to 3.9.

[Claim 5] A false-twist yarn according to any one of claim 1 to 4 comprising polylactic acid having an Sn (tin) content of 30 ppm or less.

[Claim 6] A false-twist yarn according to any one of Claim 1 to 5 comprising polylactic acid having a tensile strength of 2.8 g/d or more.

[Claim 7] A false-twist yarn according to any one of Claim 1 to 6 comprising polylactic acid having an elongation/recovery ratio of 10% or more.

[Claim 8] A process for producing a false-twist yarn for producing the false-twist yarn from a fiber mainly comprising polylactic acid according to any one of claim 1 to 5 using a false-twist machine having a cross-belt or pin type twist-rotor.

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Technical Field of the Invention]

The present invention relates to a false-twist yarn mainly comprising polylactic acid, and a process for producing false-twist yarn.

[0002]

[Prior Art]

Fiber materials that are widely used today include polyesters represented by polyethylene terephthalate and polyamides represented by nylon 6 and nylon 66.

While synthetic resins have an advantage that mass production is possible with cheap manufacturing cost, they involves a problem in their disposal. The fiber made of the synthetic resin is hardly decomposed in the natural environment, and generates high heat of combustion upon incineration.

Under these backgrounds, use of polycaprolactone and polylactic acid as biodegradable synthetic resins for the fiber has been proposed. While it is true that these synthetic resins have excellent biodegradability, they involve many other problems of low practical applicability as compared with conventional non-biodegradable synthetic resins.

[0003]

For example, a long term operation is difficult for the false-twist yarn made of the synthetic resins described above due to high incidence of yarn breakage during processing, in addition to low tensile strength and elongation/contraction ratio to render the false-twist yarn quite poor in crimp characteristics. It is also a problem that high quality cloths cannot be constantly supplied because of high incidence of yarn breakage and fluff in post-processing such as weave and knit processing.

[0004]

[Problems to be Solved by the Invention]

The inventors of the present invention have invented a false-twist yarn having good work efficiency and excellent properties by using polylactic acid with specified properties by intensively examining the properties of polylactic acid as a raw material of the false-twist yarn. The object of the present invention is to provide a practically applicable false-twist yarn comprising polylactic acid with excellent work efficiency, and a method for manufacturing the false-twist yarn. The false-twist yarn according to the present invention is possible to be subject to a false-twist processing without arising yarn breakage and filaments, good quality textiles can be obtained from the false-twist yarn, and properties of false-twist yarn such as the tensile strength and elongation/contraction ratio are comparable to the properties of polyester false-twist yarn.

[0005]

[Means for Solving the Problems]

The present invention for attaining the foregoing objects provides a false-twist yarn mainly comprising polylactic acid having a monomer content of 0.5% by weight or less, a false-twist yarn comprising polylactic acid containing 95% or more of L-isomer, a false-twist yarn comprising linear polylactic acid, a false-twist yarn according comprising polylactic acid having a relative viscosity of 2.7 to 3.9, and a false-twist yarn comprising polylactic acid having an Sn (tin) content of 30 ppm or less.

[0006]

The present invention also provides a false-twist yarn comprising polylactic acid having a tensile strength of 2.8 g/d or more.

[0007]

The present invention for solving the foregoing objects provides a process for producing a false-twist yarn for producing the false-twist yarn from a fiber mainly comprising polylactic acid described above using a false-twist machine having a cross-belt or pin type twist rotor.

[0008]

The present invention will be described in detail hereinafter.

It is necessary for polylactic acid according to the present invention to have a monomer content of 0.5% by weight or less. The monomer as used in the present invention refers to as a component having a molecular weight of 1,000 or less calculated by GPC analysis. The filament is liable to be fragile and the tensile strength is remarkably lowered by suffering from extreme stress on the twist rotor, when the monomer content exceeds 0.5% by weight. False-twist work efficiency becomes unstable with high incidence of yarn breakage during processing by the same reason as described above.

[0009]

For excluding unreacted monomers in polylactic acid, the reaction vessel is usually evacuated immediately before completing the polymerization reaction. Otherwise, polymerized chips are washed with an appropriate solvent, or a solid-state polymerization is used.

[0010]

Raw materials of polylactic acid to be used in the present invention include naturally occurring L-lactic acid and D-lactic acid as an optical isomer thereof, LL-lactide and DD-lactide as dimers thereof, and LD-meso-lactide. The ratio of L-isomer content is preferably 95% or more, more preferably 98% or more.

[0011]

The tensile strength of the false-twist yarn is seldom decreased by heat-setting at a relatively high temperature, since the false-twist yarn has a high heat resistance when polylactic acid has a ratio of L-isomer content of 95% or more. The elongation/contraction ratio becomes sufficiently high by enabling sufficient heat-setting to be applied, thereby making it possible to obtain a false-twist yarn having excellent crimp characteristics.

[0012]

Polylactic acid according to the present invention preferably has a linear structure, that is, no branched structure. A small amount of branching agent has been added during polymerization of polylactic acid in order to improve melt viscosity and degree of polymerization in the former proposal. However, it was confirmed by the inventors of the present invention that the branched structure has a far more negative effect on the properties of the false-twist yarn and spinning work efficiency in the case of polylactic acid as compared with conventional polyester yarns. In other words, multifilaments comprising polylactic acid having no branched structure shows low incidence of break of yarn during the false-twist process, and the false-twist yarn obtained from the filament has an advantage that a higher tensile strength is obtained as compared with the false-twist yarn comprising polylactic acid having branched structures.

[0013]

In order to obtain polylactic acid having no branched structure and linear structure, it is recommended that chemicals that causes branched structures in the polymer material, for example trivalent or tetravalent alcohol and carboxylic acids are not used at all. When these chemicals

are forced to use for some other reasons, the amount of use should be restricted within a minimum essential range so that spinning work efficiency is not adversely affected.

[0014]

Polylactic acid according to the present invention preferably has a relative viscosity ( $\eta_{rel}$ ) of 2.7 to 3.9, because the relative viscosity in the range of 2.7 to 3.9 permits a more excellent false-twist yarn to be obtained, or incidence of yarn breakage decreases by suppressing decrease of the tensile strength to its minimum.

[0015]

Polylactic acid according to the present invention preferably has an Sn (tin) content in the polymer of 30 ppm or less. While the Sn-based catalyst is used as a polymerization catalyst of polylactic acid, decrease of the tensile strength is suppressed to its minimum when the Sn content is 30 ppm or less, thereby decreasing the incidence of yarn breakage during the false-twist step.

[0016]

While other polylactic acid having no such properties as described above or resins other than polylactic acid may be used for the starting filament of the false-twist yarn to be used in the present invention, the raw material is preferably a biodegradable resin such as aliphatic polyester for producing a biodegradable false-twist yarn.

[0017]

The false-twist yarn according to the present invention preferably has a tensile strength of 2.8 g/d or more, because incidence of yarn breakage decreases and a small amount of fluff appear in post-processing such as weaving and knitting when the false-twist yarn has a tensile strength of 2.8 g/d or more.

[0018]

The false-twist yarn according to the present invention preferably has a contraction ratio in boiling water of 5% or more from the point of view of prevention of wrinkles. Textile products produced from the false-twist yarn becomes wrinkle-free in the dyeing process of the cloth when the false-twist yarn has a contraction ratio in boiling water of 5% or more.

[0019]

The contraction ratio in boiling water is preferably 15% or less when the tensile strength is emphasized. A contraction ratio in boiling water of 15% or less prevents the size and mass per unit area of the cloth from becoming to be largely out of specification by maintaining a proper tensile strength and tear strength of the cloth.

[0020]

The contraction ratio in boiling water is preferably 5 to 15% when both wrinkle preventive property and tensile strength is desired to be satisfied.

[0021]

The false-twist yarn according to the present invention preferably has an elongation/recovery ratio of 10% or more. An elongation/recovery ratio of 10% or more gives the cloth flexibility to enable the use of the cloth to extend to the application field requiring stretching properties, while enabling a cloth to have a fluffy feeling due to crimp characteristics of the false-twist yarn.

[0022]

Moreover, false-twist processing using a conventional false-twist machine is possible when the filament of the false-twist yarn is made of a fiber comprising polylactic acid as described above. However, use of a cross-belt type false-twist machine having a twist rotor made of a rubber based material, and a cross-belt type

false-twist machine having a twist rotor made of a metal is preferable, and the cross-belt type machine is particularly preferable among them.

[0023]

The false-twist machine is specified as described above because the fiber comprising polylactic acid has an inherent drawback that the fiber comprising polylactic acid is a little fragile as compared with other synthetic fibers. Although the polylactic acid fiber is strong against the force applied in the longitudinal direction of the filament such as a tensile force, it is fragile and weak against the force applied in the vertical direction to the filament such as bending and snapping.

[0024]

Although the false-twist yarn according to the present invention may be obtained by using a disk type false-twist machine, the thread guide passageway in the twist rotor is bent and the filament to squeeze the filament so severely in the passageway that the tensile strength is markedly decreased. On the contrary, the pin-type false-twist machine is preferable because, although the thread guide passageway in the twist rotor is complicatedly bent, decrease of the tensile strength is suppressed to a minimum extent due to small frictional resistance of the pin. On the other hand, the cross belt type false-twist yarn is preferable, because the thread guide passage way in the twist rotor is linear, and few stress is imparted on the filament due to a small frictional resistance of the twist rotor made of rubber, substantially resulting in no decrease of the tensile strength.

[0025]

The temperature of the plate heater for heat-setting is preferably 110 to 150°C, more preferably 120 to 140°C.

Molecular orientation in polylactic acid is not disturbed and the tensile strength does not markedly decrease at a temperature of less than 150°C, since polylactic acid has a melting point of 170°C. The contraction/recovery ratio increases at a temperature of 110°C or more due to sufficient heat-set of the fiber, thereby enabling the false-twist yarn being excellent in crimp characteristics to be obtained.

[0026]

[Effects of the Invention]

False-twist processing of the polylactic acid fiber is possible with stable work efficiency by using polylactic acid having a monomer content of 0.5% by weight or less. Accordingly, the present invention can steadily supply a practically applicable false-twist yarn with few incidence of yarn breakage in post-processing such as wove and knit processing.

[0027]

[Example]

The present invention will be described in detail hereinafter with reference to examples. The method for analyzing polymer properties will be described at first.

[0028]

(Monomer content)

The sample was dissolved in chloroform in a concentration of 10 mg/mL, and the molecular weight was measured by the GPC analysis using polystyrene as a standard substance of the molecular weight. The monomer content was calculated from the proportion of the component having a molecular weight of 1,000 or less.

[0029]

(Relative viscosity  $\eta_{rel}$ )

The samples were dissolved in a mixed solvent of phenol/tetrachloroethane (60/40) in a concentration of 1

g/dL, and the relative viscosity was measured at 20°C using a Ubbelohde's viscometer.

[0030]

(Sn (tin) content)

The sample (0.5g) was decomposed by a wet-ashing using sulfuric acid/nitric acid. The decomposed sample was diluted with water to give a 50 mL sample solution, and the Sn content was measured using an ICP emission spectrophotometry.

[0031]

(Tensile strength)

The sample with a length of 50 cm was pulled at a speed of 50 cm/min using an Instron type tensile strength tester under an initial load of 1/10g, and the tensile strength was calculated from the ultimate tensile strength by the following equation:

Tensile strength (g/d) = ultimate tensile strength/  
linear density of the fiber

[0032]

(Ultimate elongation percentage)

The sample with a length of 50 cm was pulled at a speed of 50 cm/min using an Instron type tensile strength tester under an initial load of 1/10g, and the ultimate elongation percentage was calculated by measuring the chuck distance (L) at the ultimate tensile strength using the following equation:

Ultimate elongation (%) =  $(L-50)/50 \times 100$

[0033]

(Contraction ratio in boiling water)

A load was applied to the sample by hanging 1/10g of an initial weight using a round scale with a frame circumference of 100 cm. A sub-reel with a reel number of ten was manufactured, and the sample was immersed in water

at room temperature by loading a weight  $1/10 \times 20\text{g}$  per denier to measure the length of the sample eight minutes after immersion. The sample was then taken out of water, folded twice as a figure of eight and immersed in boiling water for 80 minutes. The sample was again loaded with a weight of  $1/10 \times 20\text{g}$  per denier in water (room temperature) to measure the length eight minutes after immersion. The contraction ratio in boiling water was calculated by the following equation:

Contraction ratio (%) =  $[(\text{initial sample length} - \text{sample length after contraction}) / (\text{initial sample length})] \times 100$   
[0034]

(Elongation/contraction recovery ratio)

An initial load of  $1/10\text{g}$  per denier was applied to the sample. A sub-reel with a reel length of 40 cm and reel number of ten was manufactured, and the sample was immersed in water at  $20 \pm 2^\circ\text{C}$  by loading a weight  $1/10 \times 20\text{g}$  per denier to measure the length (a) of the reel three minutes after immersion. After removing the load and allowing the reel to stand for 2 minutes, the reel length (b) was measured again, and the elongation/contraction ratio was calculated from the following equation:

Recovery ratio (%) =  $(a - b) / a \times 100$   
[0035]

(Work efficiency of false-twist)

The work efficiency of false-twist was totally evaluated by the following four step criteria of  $\odot$  to  $\times$ :

- $\odot$ : Incidence of yarn breakage is once or less a day among 48 spindles;
- : Incidence of yarn breakage is 2 to 5 times a day among 48 spindles;
- $\triangle$ : Incidence of yarn breakage is 6 to 15 times a day

among 48 spindles; and

  x: Incidence of yarn breakage is 16 times or more a day  
among 48 spindles.

(Weave work efficiency)

The weave work efficiency of the false-twist yarn using WJL was totally evaluated by the following four step criteria of ◎ to x:

- ◎: Incidence of yarn breakage is zero time a day;
- : Incidence of yarn breakage is 1 to 2 times a day;
- △: Incidence of yarn breakage is 3 to 9 times a day;
- x: Incidence of yarn breakage is 10 times or more a day.

[0037]

(Feeling of textile)

Feeling of textile was totally evaluated by the following four step criteria :

- ◎: Approximately the same level of fluffy feeling as textiles using regular polyester yarns;
- : A slightly inferior fluffy feeling to textiles using regular polyester yarns;
- △: A slightly improved fluffy feeling as compared with textiles using original filaments; and
- x: No fluffy feeling at all.

[0038]

(Example 1)

A false-twist yarn with a tensile strength of 3.6 g/d and expansion/contract recovery ratio of 16.4% was obtained from the polylactic acid yarns having the composition shown in Table 1 by heat-setting at 130°C using a false-twisting machine 33H-MACH CRIMPER (manufactured by Murata Machinery, Ltd.) having a cross-belt type twist rotor. Work efficiency of the yarn was favorable, and no yarn breakage was observed after processing 1 ton or more of fibers. When a textile

was woven with a water-jet weave machine using this false-twist warn as a warp, fabrics having sufficient fluffy feeling can be manufactured with substantially no yarn breakage.

[0039]

(Example 2)

A false-twist yarn with a tensile strength of 3.3 g/d and expansion/contract recovery ratio of 14.8% was obtained from the polylactic acid yarns having the composition shown in Table 1 by heat-setting at 130°C using a false-twisting machine ST-5 (Mitsubishi Heavy Industries., Ltd) having a pin-type twist rotor. Work efficiency of the yarn was favorable, and no yarn breakage was observed after processing 1 ton of fibers. When a textile was woven with a water-jet weave machine using this false-twist warn as a warp, fabrics having sufficient fluffy feeling can be manufactured with substantially no yarn breakage.

[0040]

(Comparative Example 1)

A false-twist yarn with a tensile strength of 2.1 g/d and expansion/contract recovery ratio of 13.3% was obtained from the polylactic acid yarns containing a large quantity of monomers using a false-twisting machine 33H-MACH CRIMPER (manufactured by Murata Machinery Ltd) having a cross-belt type twist rotor. The tensile strength was low and work efficiency of the yarn was considerably poor with high incidence of yarn breakage.. Yarn breakage was also often occurred when a textile was woven with a water-jet weave machine using this false-twist warn as a warp.

[0041]

(Example 3)

A false-twist yarn with a tensile strength of 1.4 g/d and expansion/contract recovery ratio of 6.7% was obtained

from the polylactic acid yarns containing a small amount of L-isomer as shown in Table 1 using a false-twisting machine used in Comparative Example 1. Although work efficiency was a little poor with a slightly higher contraction ratio in boiling water, incidence of break of yarn was low when a textile was woven with a water-jet weave machine using this false-twist warn as a warp.

[0042]

(Example 4)

A false-twist yarn with a tensile strength of 2.5 g/d and expansion/contract recovery ratio of 13.1% was obtained from a fiber comprising polylactic acid containing branched structure as shown in Table 1 using a false-twisting machine used in Example 1. Although work efficiency was a little poor with a slightly high incidence of yarn breakage due to a smaller tensile strength than the fiber in Example 1 having no branched structures, the elongation/contraction ratio was as high as 10%. Clothes having a fluffy feeling could be manufactured with low incidence of yarn breakage when a textile was woven with a water-jet weave machine using this false-twist warn as a warp.

[0043]

(Example 5)

A false-twist yarn with a tensile strength of 1.8 g/d and expansion/contract recovery ratio of 14.5% was obtained from a fiber comprising polylactic acid with a low relative viscosity as shown in Table 1 using a false-twisting machine used in Example 1. Although work efficiency was a little poor with a slightly high incidence of yarn breakage due to a smaller tensile strength than the fiber in Example 1 having a favorable relative viscosity, the contraction ratio in boiling water was low and elongation/contraction recovery ratio was high. Clothes having a fluffy feeling

could be manufactured with low incidence of yarn breakage when a textile was woven with a water-jet weave machine using this false-twist warn as a warp.

[0044]

(Example 6)

A false-twist yarn with a tensile strength of 2.6 g/d and expansion/contract recovery ratio of 13.3% was obtained from a fiber comprising polylactic acid with a high relative viscosity as shown in Table 1 using a false-twisting machine used in Comparative example 1. Although work efficiency was a little poor with a slightly high incidence of yarn breakage due to a smaller tensile strength than the fiber in Example 1 having a favorable relative viscosity, the contraction ratio in boiling water was low and elongation/contraction recovery ratio was high. Clothes having a fluffy feeling could be manufactured with low incidence of yarn breakage when a textile was woven with a water-jet weave machine using this false-twist warn as a warp.

[0045]

(Example 7)

A false-twist yarn with a tensile strength of 1.5 g/d and expansion/contract recovery ratio of 12.8% was obtained from a fiber comprising polylactic acid with a high Sn content as shown in Table 1 using a false-twisting machine used in Comparative example 1. Although work efficiency was a little poor with a slightly high incidence of yarn breakage due to a smaller tensile strength than the fiber in Example 1 having a small Sn content, the contraction ratio in boiling water was low and elongation/contraction recovery ratio was high. Clothes having a fluffy feeling could be manufactured with low incidence of yarn breakage when a textile was woven with a water-jet weave machine using this false-twist warn as a warp.

[0046]

[Table 1]

	Example 1	Example 2	Comparative Example 1	Example 3	Example 4	Example 5	Example 6	Example 7
Sn content ppm	16	16	18	21	19	16	15	62
Relative viscosity of polymer ( $\eta_{rel}$ )	3.05	3.05	2.92	3.05	3.04	2.05	4.02	2.94
Monomer content (% by weight)	0.24	0.24	1.02	0.27	0.26	0.25	0.24	0.24
Branched structure	None	None	None	None	Yes	None	None	None
L-isomer (%)	98.6	98.6	98.2	92.6	99.0	97.6	97.0	95.5
False-twist rotor	Cross-belt	Pin	Cross-belt	Cross-belt	Cross-belt	Cross-belt	Cross-belt	Cross-belt
Temperature of plate heater (°C)	130	130	130	130	130	130	130	130
Tensile strength (g/d)	3.6	3.3	2.1	1.4	2.5	1.8	2.6	1.5
Ultimate elongation (%)	26.7	27.2	26.4	22.2	28.7	24.2	27.4	25.0
Elongation/contraction recovery ratio (%)	16.4	14.8	13.3	6.7	13.1	14.5	13.3	12.8
Contraction ratio in boiling water (%)	10.8	9.8	10.3	25.1	10.4	10.1	12.3	11.6
False-twist work efficiency	◎	○	✗	△	△	△	△	△
Weave work efficiency	◎	◎	✗	○	○	○	○	○
Feeling of textile	◎	◎	○	△	○	○	○	○

[Title of Document] ABSTRACT

[Abstract]

[Purpose] To provide a practically applicable false-twist yarn comprising polylactic acid having physical properties such as the tensile strength and elongation/contraction recovery ratio comparative to those of polyester false-twist yarn, and a process for producing the false-twist yarns.

[Means for Solution] The present invention provide a false-twist yarn mainly comprising polylactic acid with a monomer content of 0.5% by weight or less, and a method for manufacturing the false-twist yarn with a false-twist machine having a cross-belt or pin type false-twist rotor using a fiber comprising polylactic acid.

[Selected Drawing] None